

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Takehiro TSUTSUMI, et al.

GAU:

SERIAL NO: 09/650,083

EXAMINER:

FILED: August 29, 2000

FOR: WATER-BASED INK



REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS  
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number [US App No], filed [US App Dt], is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

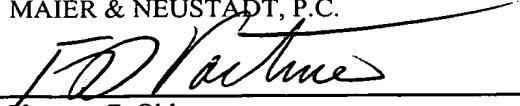
<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	11-243135	August 30, 1999

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and  
(B) Application Serial No.(s)
  - ☐ are submitted herewith
  - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
Norman F. Oblon  
Registration No. 27,013



22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 10/98)

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1999年 8月30日

出願番号  
Application Number:

平成11年特許願第243135号

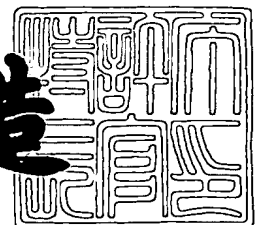
出願人  
Applicant(s):

花王株式会社

2000年 9月18日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3075540

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP99-0578

【提出日】 平成11年 8月30日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D 11/00

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 堤 武弘

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 水島 龍馬

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 澤田 道隆

【特許出願人】

    【識別番号】 000000918

    【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100095832

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 050739

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9200353

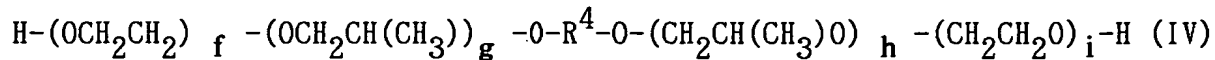
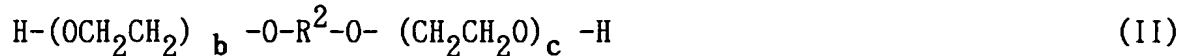
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 インクジェット記録用水系インク

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 着色剤、式(I)～(IV):



(式中、a 及び d はそれぞれ独立して 10～40 の数、b 及び c はそれぞれ独立して 5～20 の数、e は 1～3 の数、f は 5～20 の数、g 及び h はそれぞれ独立して 0～4 の数であって、g + h は 1～4 を満足する数、i は 5～20 の数、 $R^1$  及び  $R^3$  はそれぞれ独立して 1 価の炭素数 2～6 の脂肪族基、炭素数 3～6 の脂環族基又は炭素数 6～12 の芳香族基、 $R^2$  及び  $R^4$  はそれぞれ独立して 2 価の炭素数 2～6 の脂肪族基、炭素数 3～6 の脂環族基又は炭素数 6～12 の芳香族基を示す。式(III) 及び式(IV)において、オキシエチレン鎖とオキシプロピレン鎖とはランダム及びブロックのいずれの形式で付加していてもよい)

で表わされるポリアルキレンオキシド誘導体の少なくとも 1 種、並びに水を含含有してなるインクジェット記録用水系インク。

【請求項 2】 水溶性有機溶媒を含含有する請求項 1 記載の水系インク。

【請求項 3】 ポリアルキレンオキシド誘導体の表面張力が 50mN/m 以上である請求項 1 又は 2 記載の水系インク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、インクジェット記録用水系インクに関する。更に詳しくは、ノズル詰まりを発生しがたく、高い印字品質を与えるインクジェット記録用水系インクに関する。

【0002】

【従来の技術】

インクジェット記録方式においては、ノズルから吐出されたインクの小滴が精度よく被記録体表面に着弾するという着弾精度を向上させるために、ポリエチレングリコールラウリルエーテル等の特定の曇点を有する界面活性剤を含有する水系インク（特開昭60-32866号公報）、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等の特定のHLB 値を有する界面活性剤を含有する水系インク（特開平4-239067号公報）等が提案されている。

【0003】

しかしながら、これらの水系インクには、着弾精度を改善するために必要量の界面活性剤を含有させると、インクが紙を構成している繊維に沿って広がってしまうという文字品位の低下を招いたり、印字濃度が低下する等の欠点がある。

【0004】

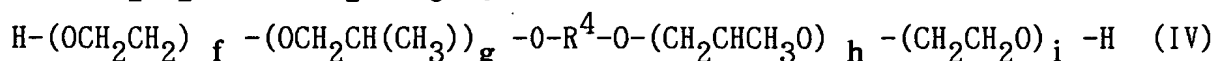
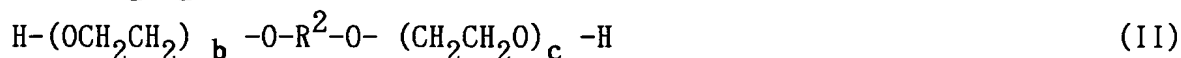
【発明が解決しようとする課題】

本発明は、印字濃度及び印字耐久性に優れ、文字品位が良好であり、耐乾燥性に優れたインクジェット記録用水系インクを提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、着色剤、式(I)～(IV)：



（式中、a及びdはそれぞれ独立して10～40の数、b及びcはそれぞれ独立して5～20の数、eは1～3の数、fは5～20の数、g及びhはそれぞれ独立して0～4の数であって、g+hは1～4を満足する数、iは5～20の数、R<sup>1</sup>及びR<sup>3</sup>はそれぞれ独立して1価の炭素数2～6の脂肪族基、炭素数3～6の脂環族基又は炭素数6～12の芳香族基、R<sup>2</sup>及びR<sup>4</sup>はそれぞれ独立して2価の炭素数2～6の脂肪族基、炭素数3～6の脂環族基又は炭素数6～12の芳香族基を示す。式(III)及び式(IV)において、オキシエチレン鎖とオキシプロピレン鎖とはランダム及びブロックのいずれの形式で付加していてもよい）

で表わされるポリアルキレンオキシド誘導体の少なくとも 1 種、並びに水を含  
有してなるインクジェット記録用水系インクに関する。

【0006】

【発明の実施の形態】

着色剤としては、水溶性染料、疎水性染料を含有するポリマー微粒子の水分散  
体、顔料を含有するポリマー微粒子の水分散体、顔料の水分散体等が挙げられる  
。これらの中では、顔料、特にカーボンブラックを含有するポリマー微粒子の水  
分散体が好ましい。

【0007】

疎水性染料又は顔料を含有するポリマー微粒子の水分散体に用いられるポリマ  
ーとしては、ビニル系ポリマー、ポリエステル系ポリマー、ポリウレタン系ポリ  
マー等が挙げられる。該ポリマーの中では、ビニル系ポリマーが好ましい。ビニ  
ル系ポリマーとしては、スチレン、(メタ)アクリル酸及び(メタ)アクリル酸  
エステルからなる群より選ばれた 1 種以上のモノマーの重合体が挙げられる。ま  
た、ポリマー微粒子の平均粒径(以下に示す調製例に記載の方法で測定)は、分  
散安定性の観点から、20~200  $\mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0008】

ポリマーの重量平均分子量は、3000~50000 であることが、プリンタヘッドの  
焦げ付き性や、印刷後のインクの耐久性、及び分散体の形成性の点から好まし  
い。

【0009】

水溶性染料としては、酸性染料、塩基性染料、直接染料及び反応性染料のい  
ずれも使用することができる。

【0010】

酸性染料としては、特に限定されるものではないが、例えば、C.I.アシッド・  
ブラック 2、C.I.アシッド・ブラック 52; C.I.アシッド・イエロー 23; C.I.アシ  
ッド・レッド 51、C.I.アシッド・レッド 87、C.I.アシッド・レッド 92; C.I.アシ  
ッド・ブルー 1、C.I.アシッド・ブルー 9、C.I.アシッド・ブルー 74等が挙げら  
れる。

【0 0 1 1】

塩基性染料としては、特に限定されるものではないが、例えば、C.I.ベーシック・イエロー 2、C.I.ベーシック・イエロー 11；C.I.ベーシック・レッド 1、C.I.ベーシック・レッド 13；C.I.ベーシック・バイオレット 1、C.I.ベーシック・バイオレット 3、C.I.ベーシック・バイオレット 7、C.I.ベーシック・バイオレット 10；C.I.ベーシック・ブルー 5、C.I.ベーシック・ブルー 7、C.I.ベーシック・ブルー 9、C.I.ベーシック・ブルー 26 等が挙げられる。

【0 0 1 2】

直接染料としては、特に限定されるものではないが、例えば、C.I.ダイレクト・ブラック 19 等が挙げられる。

【0 0 1 3】

反応性染料としては、特に限定されるものではないが、例えば、C.I.リアクティブ・レッド 180 等が挙げられる。

【0 0 1 4】

疎水性染料は、ポリマー微粒子中に含有させることができる染料であれば特に制限なく用いることができる。その例として、油性染料、分散染料、塩基性染料等が挙げられる。これらの中では、ポリマー微粒子中に良好に含有させることができることから、油性染料及び分散染料が好ましい。

【0 0 1 5】

油性染料としては、特に限定されるものではないが、例えば、C.I.ソルベント・ブラック 3、7、27、29、34；C.I.ソルベント・イエロー 14、16、29、56、82；C.I.ソルベント・レッド 1、3、8、18、24、27、43、51、72、73；C.I.ソルベント・バイオレット 3；C.I.ソルベント・ブルー 2、11、70；C.I.ソルベント・グリーン 3、7；C.I.ソルベント・オレンジ 2 等が挙げられる。

【0 0 1 6】

分散染料としては、特に限定されるものではないが、好ましい例としては、C.I.ディスパーズ・イエロー 5、42、54、64、79、82、83、93、99、100、119、122、124、126、160、184:1、186、198、199、204、224、237；C.I.ディスパーズ・オレンジ 13、29、31:1、33、49、54、55、66、73、118、119、

163 ; C.I.ディスパーズ・レッド54、60、72、73、86、88、91、93、111、126、127、134、135、143、145、152、153、154、159、164、167:1、177、181、204、206、207、221、239、240、258、277、278、283、311、323、343、348、356、362 ; C.I.ディスパーズ・バイオレット33 ; C.I.ディスパーズ・ブルー56、60、73、87、113、128、143、148、154、158、165、165:1、165:2、176、183、185、197、198、201、214、224、225、257、266、267、287、354、358、365、368 ; C.I.ディスパーズ・グリーン6:1、9等が挙げられる。

#### 【0017】

疎水性染料は、ポリマー微粒子に効率的に封入させる観点から、有機溶媒に2 g/L以上、好ましくは20~500 g/L溶解させることが望ましい。

#### 【0018】

疎水性染料を含有するポリマー微粒子の水分散体は、公知の乳化法によって製造することができる。例えば、ポリマー及び疎水性染料を有機溶媒に溶解させ、必要に応じて中和剤を加えてポリマー中の塩生成基をイオン化し、これに水を添加した後、必要に応じて超音波乳化機を用いて乳化を行ない、その有機溶媒を留去して水系に転相することによって得ることができる。

#### 【0019】

顔料は、公知の無機顔料及び有機顔料のいずれも使用することができる。また、必要により、それらに体質顔料を併用することもできる。無機顔料としては、カーボンブラック、金属酸化物、金属硫化物、金属塩化物等が挙げられ、特に黒色水系インクではカーボンブラックが好ましい。カーボンブラックとしては、ファーネスブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等が挙げられる。有機顔料としては、アゾ顔料、ジアゾ顔料、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、イソインドリノン顔料、ジオキサジン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、チオインジゴ顔料、アンソラキノン顔料、キノフタロン顔料等が挙げられる。体質顔料としては、シリカ、炭酸カルシウム、タルク等が挙げられる。

#### 【0020】



顔料を含有させたポリマー微粒子の水分散体を得る方法としては、ポリマーを有機溶媒に溶解させ、顔料、水、中和剤及び必要に応じ界面活性剤を加えて混練しペーストとした後、該ペーストを必要に応じて水で希釈し、有機溶媒を留去して水系にする方法が好ましい。

#### 【0021】

ポリマー微粒子中の疎水性染料又は顔料の量は、印字濃度やポリマー微粒子への含有のさせやすさの点で、ポリマーの固形分100重量部に対して20～400重量部が好ましい。また、水系インク中の疎水性染料又は顔料の含有量は、印字濃度や吐出安定性の観点から1～30重量%が好ましく、3～15重量%が更に好ましい。

#### 【0022】

顔料の水分散体としては、例えば、キャボット (Cabot) 社から市販されている Cab-0-Jet200 (商品名) 等のカーボンプラックを分散剤なしで分散安定化させたカーボンプラックの水分散体、高分子型又は低分子型分散剤等で安定化したカーボンプラック水分散体等が挙げられる。

#### 【0023】

インクジェット記録用水系インクにおける着色剤の含有量は、十分な印字濃度が得られるのであればよく、特に限定がない。通常、該含有量は、十分な印字濃度と耐乾燥性を付与する観点から、2～10重量%、好ましくは4～8重量%であることが望ましい。

#### 【0024】

式(I)～(IV)で表わされるポリアルキレンオキシド誘導体において、印字耐久性に優れるという観点から式(I)で表わされる化合物が好ましく、耐乾燥性に優れるという観点から式(II)で表わされる化合物が好ましい。

#### 【0025】

式(III)及び式(IV)で表わされるポリアルキレンオキシド誘導体において、オキシエチレン鎖(以下、EOという)及びオキシプロピレン鎖(以下、POという)は、ランダムで付加していてもよく、ブロックで付加していてもよい。また、EO及び／又はPOは、2カ所以上に分割されて付加されたり、いずれか一方

が $R^3$ 、 $R^4$ 又は末端水素原子に隣接していてもよい。

【0026】

なお、これらを式(III)で表わされるポリアルキレンオキシド誘導体について模式的に示すと、 $R^3O-EO-PO-H$ 、 $R^3O-PO-EO-H$ 、 $R^3O-EO-PO-EO-H$ 、 $R^3O-PO-EO-PO-H$ 、 $R^3O-EO-PO-EO-PO-H$ 、 $R^3O-EO-PO-EO-PO-EO-H$ 等の態様が挙げられる。これらの中では、 $R^3O-EO-PO-EO-H$ が好ましい。POには、 $-CH_2CH(CH_3)O-$ 以外に、 $-CH(CH_3)CH_2O-$ が含まれていてもよい。これらの事項は、式(IV)で表わされるポリアルキレンオキシド誘導体についても同様である。

【0027】

$R^1$ 及び $R^3$ の具体例としては、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、*t*-ブチル基、ヘキシル基、イソヘキシル基等の1価の炭素数2～6の脂肪族基、ピロリジン基、シクロヘキシル基等の1価の炭素数3～6の脂環族基、ベンジル基、ナフチル基等の1価の炭素数6～12の芳香族基が挙げられる。

【0028】

また、 $R^2$ 及び $R^4$ の具体例としては、エチレン基、プロピレン基、イソプロピレン基、ブチレン基、イソブチレン基、ヘキシレン基等の2価の炭素数2～6の脂肪族基、好ましくは炭素数2～3の脂肪族基、シクロヘキシレン基等の2価の炭素数3～6の脂環族基、ベンジル基、ナフチル基等の2価の炭素数6～12の芳香族基が挙げられる。

【0029】

ポリアルキレンオキシド誘導体の数平均分子量は、吐出安定性、印字品位及び耐乾燥性の観点から、500～2000であることが好ましく、700～1500であることがより好ましい。

【0030】

ポリアルキレンオキシド誘導体の表面張力は、吐出安定性及び印字品位を良好にする観点から、50mN/m以上であることが好ましく、55～65mN/mであることがより好ましい。なお、本明細書でいう表面張力(後述する〔表面張力〕における測定法に準じて測定)は、5w/v %水溶液における値をいう。

## 【0031】

インクジェット記録用水系インクにおけるポリアルキレンオキシド誘導体の含有量は、十分な耐乾燥性と印字安定性を水系インクに与える観点から、1～15重量%、好ましくは4～10重量%であることが望ましい。

## 【0032】

本発明の水系インクには、水溶性有機溶媒を含有させることが好ましい。このように水溶性有機溶媒を含有させた場合には、耐乾燥性に優れるという利点がある。

## 【0033】

水溶性有機溶媒としては、25℃の水に対する溶解度が1重量%以上であればよい。その例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン等の多価アルコール類、2-ピロリドン、 $\gamma$ -ブチロラクタム、尿素、エチレン尿素等の含窒素環状化合物、アセトアミド、N-モノメチルアセトアミド等の含窒素非環状化合物等が挙げられ、これらは、それぞれ単独で又は2種以上を混合して用いることができる。これらの中では、ジエチレングリコール、グリセリン及び2-ピロリドンが好ましい。

## 【0034】

水系インクにおける水溶性有機溶媒の含有量は、特に限定がないが、通常、5～30重量%程度であることが耐乾燥性の観点から好ましい。

## 【0035】

本発明の水系インクには、必要により、本発明の目的が阻害されない範囲内で、界面活性剤、pH調整剤、防腐剤等の添加剤を含有させることができる。

## 【0036】

本発明のインクジェット記録用水系インクには、所望量の前記各成分が含有されるようにするために、その残部にはバランス量の水が含有される。

## 【0037】

本発明の水系インクは、所望量の着色剤、ポリアルキレンオキシド誘導体、水

溶性有機溶媒及び水、並びに必要により添加剤を混合することにより、容易に調製することができる。

【0038】

【実施例】

製造例 1 ～ 6 [ポリアルキレンオキシド誘導体の製造]

2000 L 容の圧力反応容器内を十分に窒素ガス置換した後、これに表 1 に示すアルコール及び水酸化カリウム 0.84g を仕込み、40℃で 2 時間放置した。その後、内温を 145℃に昇温し、反応容器内の内圧が  $4.0 \text{ kg/cm}^2 \cdot \text{G}$  を上回らないようにして表 1 に示すアルキレンオキシド (1) ～ (3) をその順番で反応容器内に注入した。なお、各アルキレンオキシドを注入する際には、それぞれを注入し、3 時間 145℃で熟成した後に、次のアルキレンオキシドを注入した。

【0039】

アルキレンオキシドを注入した後、145℃で更に 0.5 時間熟成し、次いで 120℃まで降温し、反応容器内の圧力を常圧に戻した。その後、反応容器内に吸着剤（協和化学工業（株）製、商品名：キョーワード 600S）6.7g を添加し、1 時間放置した後、濾過することにより、表 1 に示すポリアルキレンオキシド誘導体（化合物 A ～ F）を得た。

【0040】

得られたポリアルキレンオキシド誘導体の表面張力は、以下の方法に準じて測定した。その結果を表 1 に示す。

【0041】

〔表面張力〕

ポリアルキレンオキシド誘導体をイオン交換水で濃度が 5 w/v % となるように希釈して得られたサンプルを 25℃で表面張力計（協和界面（株）製、商品名：CB VP-Z）を用いてウィルヘルミ法で測定した。

【0042】

【表 1】

製造例 番号	アルコール (g)	アルキレンオキシド(g)			ポリアルキレンオキシド誘導体			
		アルキレンオキシド (1)	アルキレンオキシド (2)	アルキレンオキシド (3)	化合物	種類	数平均分子量	表面張力(mN/m)
1	n-ブタノール(74)	エチレンオキシド(925)	なし	なし	A	式(I)	1000	56.7
2	プロピレングリコール(76)	エチレンオキシド(881)	なし	なし	B	式(II)	980	60.6
3	n-ブタノール(74)	エチレンオキシド(220)	プロピレンオキシド(58)	エチレンオキシド(661)	C	式(III)	1010	54.7
4	1,3-プロパンジオール(76)	プロピレンオキシド(116)	エチレンオキシド(793)	なし	D	式(IV)	980	50 ≤
5	n-ブタノール(74)	エチレンオキシド(661)	なし	なし	E	式(I)	740	54.1
6	n-ブタノール(74)	エチレンオキシド(1322)	なし	なし	F	式(I)	1400	58.0

## 【 0 0 4 3 】

調製例（カーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体の調製）

## (1) ポリマー溶液の調製

機械式攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、還流管及び滴下漏斗を備えた 1 L 容のフラスコ内を十分に窒素ガス置換した後、スチレン 11.2g、アクリル酸 2.8g、ラウリルメタクリレート 12.0g、ポリエチレングリコールメタクリレート 4.0g、スチレンマクロマー（東亜合成（株）製、商品名：AS-6）4.0g 及びメルカプトエタノール 0.4g を仕込み、65℃ に昇温した。

## 【 0 0 4 4 】

次に、スチレン 100.8g、アクリル酸 25.2g、ラウリルメタクリレート 108.0g、ポリエチレングリコールメタクリレート 36.0g、ヒドロキシエチルメタクリレート 60.0g、スチレンマクロマー（東亜合成（株）製、商品名：AS-6）36.0g、メルカプトエタノール 3.6g、アゾビジメチルバレロニトリル 2.4g 及びメチルエチルケトン 18g の混合溶液を 2.5 時間かけてフラスコ内に滴下した。

## 【 0 0 4 5 】

滴下終了後、アゾビジメチルバレロニトリル 0.8g 及びメチルエチルケトン 18g の混合溶液を 0.5 時間かけてフラスコ内に滴下した。65℃ で 1 時間熟成した後、アゾビジメチルバレロニトリル 0.8g を添加し、更に 1 時間熟成した。

## 【 0 0 4 6 】

反応終了後、フラスコ内に、メチルエチルケトン 364g を添加し、濃度が 50% のポリマー溶液 800g を得た。

## 【 0 0 4 7 】

## (2) カーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体の調製

前記(1) で得られたポリマー溶液 28g、カーボンブラック（キャボット (Cabot) 社製、商品名：Monarch 880）26g、1mol/L の水酸化カリウム水溶液 13.6g、メチルエチルケトン 20g 及びイオン交換水 30g を十分に攪拌した後、3 本ロールミル〔（株）ノリタケカンパニー製、商品名：NR-84A〕を用いて 20 回混練した。

## 【 0 0 4 8 】

得られたペーストをイオン交換水 200g に投入し、十分に攪拌した後、エパポレ

ーターを用いてメチルエチルケトン及び水を留去し、固形分量が20.0重量%のカーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体160gを得た。ポリマー微粒子の平均粒径は、コールターカウンターN4（コールター社製、商品名）を用いて測定した結果、110nmであった。

#### 【0049】

実施例1～6及び比較例1～2（インクジェット記録用水系インクの製造）

2-ピロリドン10g、グリセリン2.5g、製造例1～6で得られたポリアルキレンオキシド誘導体として表1に示す化合物、ポリエチレングリコール1000（エチレングリコールのエチレンオキシド付加物、数平均分子量：1000）又はポリエチレングリコールラウリルエーテル（エチレンオキシド付加モル数：20、花王（株）製、商品名：エマルゲン120）7.5g、イソプロパノール1g及びイオン交換水14gを混合した後、得られた混合液に、調製例で得られたカーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体15gを攪拌しながら添加した。得られた混合物を平均孔径が0.8  $\mu\text{m}$  のメンブレンフィルター（富士写真フィルム（株）製、商品名：ディスクカプセルCALC80）で濾過し、水系インクを得た。

#### 【0050】

実施例7

実施例2において、カーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体15gの代わりに、カーボンブラックの水分散体（キャボット（Cabot）社製、商品名：Cabot-Jet 200）15gを用いた他は、実施例2と同様にして水系インクを得た。

#### 【0051】

実施例8

実施例2において、カーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体15gの代わりに、水性染料 Direct Black 154（ダイワ化成（株）製、商品名：Daiwa Black MSC）4gを用いた他は、実施例2と同様にして水系インクを得た。

#### 【0052】

実施例9

実施例2において、イオン交換水14g及びカーボンブラック含有ポリマー微粒子の水分散体15gの代わりに、イオン交換水7g及びポリマー微粒子に油性染料

を含有させた油性染料含有ポリマー微粒子の水分散体〔ポリマー：n-ブチルメタクリレート（50重量%）／2-ヒロドキシエチルメタクリレート（10重量%）／ジメチルアミノエチルアクリルアミド（35 重量%）／シリコーンマクロマー（チッソ（株）製、商品名：FM-0711）（5 重量%）のコポリマーのグルコン酸中和物、油性染料：オリエント化学（株）製、商品名：オイルブラック860〕23gを用いた他は、実施例2と同様にして水系インクを得た。

#### 【0053】

次に、各実施例及び各比較例で得られた水系インクの物性として、印字濃度、印字耐久性、文字品位及び耐乾燥性を以下の方法に基づいて調べた。その結果を表2に示す。

#### 【0054】

##### 〔印字濃度〕

インクジェットプリンター〔ヒューレット・パカード（Hewlett-Packard）社製、商品名：Desk Jet720C〕にインクを充填した後、普通紙〔ゼロックス（Xerox）社、商品名：4024 DP 201b.Paper〕に印字を行い、この印字物を25℃で3時間乾燥させた後、マクベス濃度計（マクベス社製、商品名：RD918）を用いて印字濃度を測定した。

#### 【0055】

##### 〔印字耐久性〕

前記〔印字濃度〕を調べる際に使用したプリンター及び普通紙を用い、連続印刷により、A4ベタ印字10枚を作製した後、文書、ベタパターン及び罫線を含むテスト文書を印字し、印字耐久性を評価した。その評価基準は、以下のとおりである。

##### （評価基準）

- ◎：シャープでハッキリとした文字、均一なベタ印刷、及びよれのない罫線印刷の3項目をいずれも満足する場合
- ：シャープでハッキリとした文字、均一なベタ印刷、及びよれのない罫線印刷の3項目をいずれもほぼ満足する場合
- △：シャープでハッキリとした文字、均一なベタ印刷、及びよれのない罫線印



刷のうち、1項目を満足しない場合

×：シャープでハッキリとした文字、均一なベタ印刷、及びよれのない罫線印

刷のうち、2項目以上を満足しない場合

【0 0 5 6】

〔文字品位〕

前記〔印字濃度〕を調べる際に使用したプリンター及び普通紙を用い、テキスト印刷を行なった際の印刷文字の品位を以下の評価基準に基づいて評価した。

（評価基準）

○：文字の滲み及び紙繊維に沿って発生するフェザーリングがまったく見られない場合

△：文字の滲みが見られるか、又は紙繊維に沿って発生するフェザーリングが見られる場合

×：文字の滲みが見られ、かつ紙繊維に沿って発生するフェザーリングも見られる場合

【0 0 5 7】

〔耐乾燥性〕

前記〔印字濃度〕を調べる際に使用したプリンターのカートリッジを、キャップをすることなく25℃で放置し、3日間経過後に再度テキスト文書を印字し、耐乾燥性を以下の評価基準に基づいて評価した。

（評価基準）

◎：印字の初めの文字から試験前と変らない印刷ができる。

○：印字の初めの文字から試験前とほぼ変らない印刷ができる。

△：印字の初めの文字にかすれが見られるものの、印刷と共に回復する。

×：文字のかすれがまったく回復しない。

【0 0 5 8】

【表 2】

実施例 番号	ポリアルキレングリッド誘導体の種類	印字濃度	印字耐久性	文字品位	耐乾燥性
1	化合物A	1.45	◎	○	○
2	化合物B	1.43	○	○	◎
3	化合物C	1.48	○	○	○
4	化合物D	1.42	○	○	○
5	化合物E	1.42	○	○	○
6	化合物F	1.48	○	○	○
7	化合物B	1.46	○	○	○
8	化合物B	1.42	○	○	○
9	化合物B	1.41	○	○	○
比較例 1	ポリエチレングリコール1000	1.42	△	×	×
2	ポリエチレングリコールラウリルエーテル	1.15	○	×	△

## 【0059】

表 2 に示された結果から、実施例 1 ～ 9 で得られた水系インクは、比較例 1 ～ 2 で得られたものと対比して、優れた印字濃度、印字耐久性、文字品位及び耐乾燥性を同時に満足するものであることがわかる。

## 【0060】

## 【発明の効果】

本発明のインクジェット記録用水系インクは、印字濃度及び印字耐久性に優れ、しかも文字品位が良好であり、耐乾燥性に優れたものである。

【書類名】 要約書

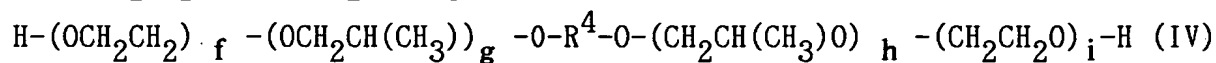
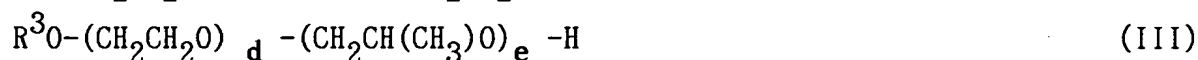
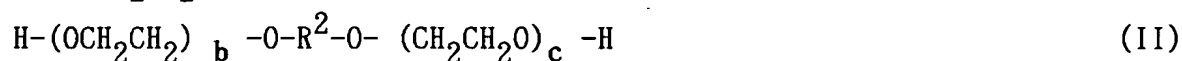
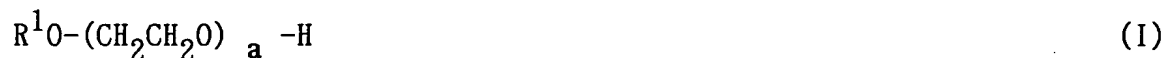
【要約】

【課題】

印字濃度及び印字耐久性に優れ、文字品位が良好であり、耐乾燥性に優れたインクジェット記録用水系インクを提供すること。

【解決手段】

着色剤、式(I)～(IV)で表されるポリアルキレンオキシド誘導体1種以上、及び水を含むインクジェット記録用水系インク。



(式中、a及びdは10～40の数、b及びcは5～20の数、eは1～3の数、fは5～20の数、g及びhは0～4の数、g+hは1～4の数、iは5～20の数、 $R^1$ 及び $R^3$ は1価の炭素数2～6の脂肪族基、炭素数3～6の脂環族基又は炭素数6～12の芳香族基、 $R^2$ 及び $R^4$ は2価の炭素数2～6の脂肪族基、炭素数3～6の脂環族基又は炭素数6～12の芳香族基を示す)

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
氏 名 花王株式会社